

Diatog

Alumina prodn from aluminium chloride - reacting in a two stage fluidised bed appts working at different gas flow rates

Patent Assignee: ALUMINIUM PECHINEY

Inventors: MARCHESSAUX P; PLASS L; REH L; SCHMIDT H W; SCHOENE G

Patent Family (19 patents, 16 countries)

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
BE 842502	A	19761001			197643	B	
NL 197605970	A	19761206			197652	E	
DE 2524541	A	19761222	DE 2524541	A	19750603	197701	E
SE 197606304	A	19761226			197703	E	
BR 197603521	A	19770104			197704	E	
JP 51147498	A	19761216			197705	E	
FR 2313317	A	19770204			197712	E	
DD 124872	A	19770316			197723	E	
ZA 197603252	A	19770603			197735	E	
US 4080437	A	19780321	US 1976688124	A	19760520	197817	E
CA 1053443	A	19790501			197922	E	
GB 1553629	A	19791003			197940	E	
JP 1979032000	B	19791011			197945	E	
HU 17463	T	19791228			198003	E	
SU 682120	A	19790825			198017	E	
CS 197603416	A	19800915			198101	E	
RO 72700	A	19810730			198207	E	
DE 2524541	C	19860821	DE 2524541	A	19750603	198634	E
NL 180497	B	19861001			198643	E	

Priority Application Number (Number Kind Date): DE 2524541 A 19750603

Patent Details

Patent Number	Kind	Language	Pages	Drawings	Filing Notes
BE 842502	A	FR			
SE 197606304	A	SV			
BR 197603521	A	PT			
ZA 197603252	A	EN			
CA 1053443	A	EN			

Alerting Abstract: BE A

Aluminium chloride hexahydrate is thermally decomposed in a highly expanded turbulent fluidised bed with a lessening of concentration of solid matter from the bottom to the top of the bed, solid material being removed from the top of the bed with the fluidising gas. The gas is then sepd. from the solids and recycled. The material is dehydrated and partly decomposed in one or more predrying heat exchangers heated with the gas leaving the fluidised bed. The reaction product is fed to a fluidised exchanger which uses a gas contg. O₂ as fluidising gas, at least part of the hot gas leaving this exchanger being fed to the fluidised bed as secondary gas above the gas distributor and the heating devices. The process is characterised in that the solids sepd. from the gas are carried into a stand-by reactor at a low gas velocity, while a partial current of solids is returned in controlled amount to the turbulent fluidised bed so as to regulate the density of the suspension in the bed, after the solids have remained in the bed for a sufficient length of time. The process permits use of a long reaction time compared with prior art processes, thus allowing for prodn. of high purity Al₂O₃.

International Classification (Main): B01J-008/26 **(Additional/Secondary):** C01B-007/08, C01F-007/30
US Classification, Issued: 423625, 3410, 3411, 422139, 423DIG 016, 423481, 43215

Original Publication Data by Authority

Belgium

Publication Number: BE 842502 A (Update 197643 B)

Publication Date: 19761001

Assignee: ALUMINIUM PECHINEY (PECH) ALUMINIUM PECHINEY (PECH)

Language: FR

Priority: DE 2524541 A 19750603

Original IPC: B01J-8/26 C01B-7/08 C01F-7/30

Current IPC: B01J-8/26 C01B-7/08 C01F-7/30

Brazil

Publication Number: BR 197603521 A (Update 197704 E)

Publication Date: 19770104

Language: PT

Canada

Publication Number: CA 1053443 A (Update 197922 E)

Publication Date: 19790501

Language: EN

Czechoslovakia

Publication Number: CS 197603416 A (Update 198101 E)

Publication Date: 19800915

Language: CS

German Democratic Republic

Publication Number: DD 124872 A (Update 197723 E)

Publication Date: 19770316

Language: DE

Germany

Publication Number: DE 2524541 A (Update 197701 E)

Publication Date: 19761222

Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat

Assignee: Aluminum Pechiney, Lyon, FR

Inventor: Marchesaux, Philippe, Aix-en-Provence, FR Reh, Lothar, Dr.-Ing., 6000 Bergen-Enkheim Plass, Ludolf, Dr.-Ing., 6242 Kronberg Schmidt, Hans-Werner, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt Schoene, Guenther, 6092 Kelsterbach

Agent: Fischer, E., Dr., Rechtsanwalt, 6000 Frankfurt

Language: DE**Application:** DE 2524541 A 19750603 (Local application)**Original IPC:** C01F-7/30**Current IPC:** C01F-7/30(A)

Claim: * 1. Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat bei einem Wirbelzustand mit stark aufgelockerter Wirbelschicht und einem Gefälle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Schachtes, wobei die Feststoffe vom Gas getrennt und mindestens teilweise in das Wirbelbett zurückgeführt werden, dem Prozess zu unterwerfendes Material in mindestens einem mit den Abgasen des Wirbelschichtofens betriebenen Schwebekautauscher voreutwässert, erhitzt und/oder teilweise gespalten und dem Wirbelschichtreaktor zugeleitet wird, das Reaktionsprodukt einem Wirbelschichtofen aufgegeben wird, der mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus dem Wirbelschichtofen austretenden erhitzen Fluidisierungsgases dem Wirbelschichtofen als Sekundärgas oberhalb des Gasverteilers zugeleitet wird und die zur Durchführung der Reaktion erforderliche Beheizung durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung erfolgt, dadurch gekennzeichnet, dass die vom Gas abgetrennten Feststoffe in einem mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierten Verweilzeitreaktor eingetragen werden, ein Feststoffteilstrom zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in den Wirbelschichtofen kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom nach hinreichend langer Verweilzeit dem Wirbelschichtofen zugeleitet wird. [DE 2524541 C (Update 198634 E)]

Publication Date: 19860821****Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat******Assignee:** Aluminium Pechiney, Lyon, FR**Inventor:** Marchessaux, Philippe, Aix-en-Provence, FR Reh, Lothar, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt, DE Plass, Ludolf, Dr.-Ing., 6242 Krongenberg, DE Schmidt, Hans-Werner, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt, DE Schoen, Guenther, 6092 Kelsterbach, DE**Agent:** Fischer, E., Dr., Rechtsanwalt, 6000 Frankfurt**Language:** DE**Application:** DE 2524541 A 19750603 (Local application)**Original IPC:** C01F-7/30**Current IPC:** C01F-7/30(A)**France****Publication Number:** FR 2313317 A (Update 197712 E)**Publication Date:** 19770204**Language:** FR**Great Britain****Publication Number:** GB 1553629 A (Update 197940 E)**Publication Date:** 19791003**Language:** EN**Hungary****Publication Number:** HU 17463 T (Update 198003 E)**Publication Date:** 19791228**Language:** HU**Japan****Publication Number:** JP 51147498 A (Update 197705 E)**Publication Date:** 19761216**Language:** JA/JP 1979032000 B (Update 197945 E)**Publication Date:** 19791011**Language:** JA**Netherlands****Publication Number:** NL 180497 B (Update 198643 E)**Publication Date:** 19861001

Language: NL|NL 197605970 A (Update 197652 E)
Publication Date: 19761206
Language: NL

Romania

Publication Number: RO 72700 A (Update 198207 E)
Publication Date: 19810730
Language: RO

Sweden

Publication Number: SE 197606304 A (Update 197703 E)
Publication Date: 19761226
Language: SV

Soviet Union

Publication Number: SU 682120 A (Update 198017 E)
Publication Date: 19790825
Language: RU

United States

Publication Number: US 4080437 A (Update 197817 E)
Publication Date: 19780321

Process for thermal decomposition of aluminum chloride hexahydrate

Assignee: Aluminum Pechiney
Inventor: Reh, Lothar, DE, US Plass, Ludolf Schmidt, Hans Werner Schoene, Gunter Marchessaux, Philippe
Agent: McDougall, Hersh Scott

Language: EN

Application: US 1976688124 A 19760520 (Local application)

Original IPC: C01F-7/30

Current IPC: C01F-7/30(A)

Original US Class (main): 423625

Original US Class (secondary): 3410 3411 422139 423DIG.016 423481 43215

Original Abstract: Process for the thermal decomposition of aluminum chloride hexahydrate into anhydrous Al₂O₃, comprising predrying and then decomposition in a fluidization reactor, the said fluidization being ensured by recycled gaseous HCl, and finally heating at the temperature necessary to obtain the desired crystallization state, namely anhydrous Al₂O₃, the said pre-drying being carried out by the gases coming from this final heating.

South Africa

Publication Number: ZA 197603252 A (Update 197735 E)
Publication Date: 19770603
Language: EN

Derwent World Patents Index

© 2008 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 1187502

⑩ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑩ **Patentschrift**
⑪ **DE 2524541 C2**

⑩ Int. Cl. 4

C01F 7/30

DE 2524541 C2

⑩ Aktenzeichen: P 25 24 541.4-11
⑩ Anmeldedat: 3. 8. 75
⑩ Offenlegungstag: 23. 12. 76
⑩ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 21. 8. 86

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑩ Patentinhaber:

Aluminium Pechiney, Lyon, FR

⑩ Vertreter:

Fischer, E., Dr., Rechtsanw., 6000 Frankfurt

⑩ Erfinder:

Marchessaux, Philippe, Aix-en-Provence, FR; Reh, Lothar, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt, DE; Plass, Ludolf, Dr.-Ing., 6242 Kronberg, DE; Schmidt, Hans-Werner, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt, DE; Schoene, Günther, Kelsterbach, DE

⑩ Im Prüfungsverfahren entgegengehaltene
Druckschriften nach § 44 PatG:

DE-OS 17 67 628

⑩ Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat

DE 2524541 C2

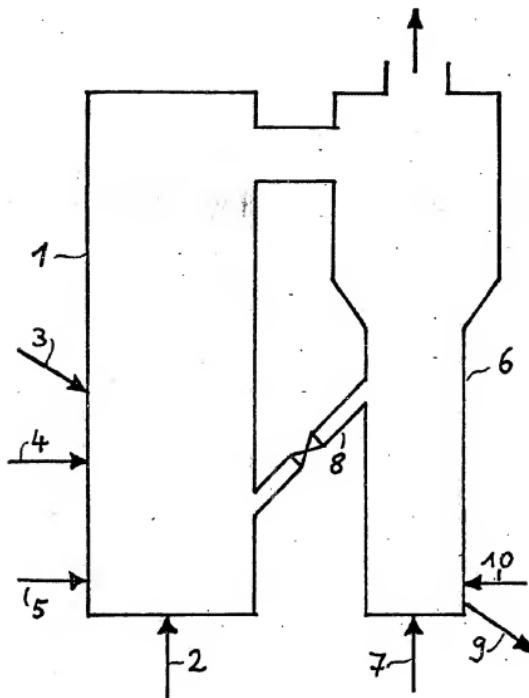


Fig. 1

Patentsprüche:

1. Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat in einer stark aufgelockerten Wirbelschicht mit einem Gefüle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Schachtes, wobei die Feststoffe vom Gas getrennt und mindestens teilweise in das Wirbelsbett zurückgeführt werden, dem Prozeß zu unterwerfendes Material in mindestens einem mit den Abgasen des Wirbelschichtofens betriebenen Schwebetauscher vorentwässert, erhitzt und/oder teilweise gespalten und dem Wirbelschichtreaktor zugeleitet wird, das Reaktionsprodukt einem Wirbelschlücker aufgegeben wird, der mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus dem Wirbelschlücker austretenden erhitzen Fluidisierungsgases dem Wirbelschichtofen als Sekundärgas oberhalb des Gaserstellers zugeleitet wird und die zur Durchführung der Reaktion erforderliche Beheizung durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß man die von Gas abgetrennten Feststoffe in einem mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierten, gegebenenfalls beheizten Verweilzeitreaktor einträgt, in dem die Suspensionsdichte auf größer 600 kg/m³ eingestellt ist, einen Feststoffstrom in den Wirbelschichtofen kontrolliert rückführt, um die Suspensionsdichten im Wirbelschichtreaktor in der Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung auf 20 bis 300 kg/m³ und in der Zone oberhalb der Sekundärgasleitung auf 1 bis 20 kg/m³ einzustellen, und einen weiteren Teilstrom nach einer mittleren Verweilzeit der Feststoffe im Wirbelschichtreaktor von 10 bis 30 Minuten und einen im Vergleich zu dieser zwei- bis zehnfachen mittleren Verweilzeit der Feststoffe im Verweilzeitreaktor dem Wirbelschlücker zuleitet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Aluminiumchloridhydrat dem Wirbelschichtreaktor teilweise direkt und teilweise indirekt nach Vorwärmung durch das Abgas aufgibt.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat in einer stark aufgelockerten Wirbelschicht mit einem Gefüle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Schachtes, wobei die Feststoffe vom Gas getrennt und mindestens teilweise in das Wirbelsbett zurückgeführt werden, dem Prozeß zu unterwerfendes Material in mindestens einem mit den Abgasen des Wirbelschichtofens betriebenen Schwebetauscher vorentwässert, erhitzt und/oder teilweise gespalten und dem Wirbelschichtreaktor zugeleitet wird, das Reaktionsprodukt einem Wirbelschlücker aufgegeben wird, der mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus dem Wirbelschlücker austretenden erhitzen Fluidisierungsgases dem Wirbelschichtofen als Sekundärgas oberhalb des Gaserstellers zugeleitet wird und die zur Durchführung der Reaktion erforderliche Beheizung durch Zufuhr von Brennstoff in

die Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung erfolgt.

Zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat ist neben Verfahren in der klassischen Wirbelschicht, also mit einem Verteilungszustand, bei dem eine dichte Phase durch einen deutlichen Dichtesprung von dem darüber befindlichen Gas- oder Staubraum getrennt ist (DE-OS 16 67 195, 22 61 083), auch ein solches bekannt, das sich einer sogenannten stark expandierten Wirbelschicht bedient (DE-OS 17 67 628). Hierbei liegen Verteilungszustände ohne definierte obere Grenzschicht vor, die erhalten werden, indem eine wesentlich höhere Gasgeschwindigkeit eingestellt wird, als zur Aufrechterhaltung einer klassischen Wirbelschicht zulässig ist, und bei der der Feststoff vom Gas schnell aus dem Reaktor ausgetragen würde, wenn nicht ständig neues Material nachgespeist wird. Die Feststoffkonzentration ist niedriger als im Bett, aber erheblich höher als im Staubraum einer klassischen Wirbelschicht. Ein Dichtesprung zwischen dichter Phase und darüber befindlichem Staubraum ist nicht vorhanden, jedoch nimmt innerhalb des Reaktors die Feststoffkonzentration von unten nach oben kontinuierlich ab.

Mit dem Verfahren der DE-OS 17 67 628 gelingt insbesondere eine weitgehende Ausnutzung der Abwärme von Abgas und ausgetragenen Feststoff, so daß eine maximale Brennstoffausnutzung, d. h. optimale Wärmeverbrauchszeit, erreichbar ist. Die Brennverarbeitung in zwei Stufen, nämlich zunächst nur mit Fluidisierungsgas unterstöchiometrisch im Bereich hoher Dispersionsdichte, dann in Gegenwart von Sekundärgas stöchiometrisch, aber geringfügig überstöchiometrisch schließt Überhitzungen einzelner Bereiche des Wirbelsbettes aus. Hohe Temperaturkonstanz und genaue Temperaturresteuerung sind möglich.

Trotz dieser großen Vorteile weist dieses bekannte Verfahren bei seiner Anwendung auf die Spaltung von Aluminiumchloridhydrat einen Nachteil dann auf, wenn aus reaktionstechnischen Gründen, z. B. wegen Phasenumwandlungen oder Erzielung hoher Produktreinheit, hohe Mindestverweilzeiten des gebildeten Aluminiumchlorids im Reaktorsystem erforderlich sind. Zwar ist auch bei dem bekannten Verfahren eine hohe Mindestverweilzeit durch Vergrößerung der Ofenhöhe erreichbar, jedoch steigt hierbei der Druckverlust im Wirbelschichtreaktor und damit der Energiebedarf erheblich an.

Eine Erhöhung jedoch nur der mittleren Verweilzeit ist erreichbar entweder bei konstanter Suspensionsdichte im Wirbelschichtreaktor durch Herabsetzung der Produktionsmenge (gleicher Druckverlust) oder bei konstanter Produktionsmenge durch Vergrößerung der Suspensionsdichte, was mit einem starken Anwachsen des Druckverlustes und der Feststoffrekirculation weit über das technisch erforderliche Maß hinaus verbunden ist.

Aufgabe der Erfindung ist, unter Beibehaltung der Vorteile des aus der DE-OS 17 67 628 bekannten Verfahrens die vorstehend im Zusammenhang mit hohen Mindestverweilzeiten bzw. mittleren Verweilzeiten erwähnten Nachteile zu beseitigen, ohne gleichzeitig einen zusätzlichen verfahrensmäßigen Aufwand in Kauf nehmen zu müssen.

Die Aufgabe wird durch das im Patentspruch 1 es angegebene Verfahren gelöst.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt mithin in einem im wesentlichen aus einem Wirbelschichtreaktor und einem Verweilzeitreak-

tor bestehenden, das Kernstück des Verfahrens bilden den System, indem die einzelnen Phasen der Gesamtreaktion entsprechend den reaktions/technischen Erfordernissen den beiden Reaktoren zugeordnet werden. Der beim Spaltprozess den Hauptanteil des Wärmebedarfs verbrauchende Schritt der Aufheizung der Teilchen erfolgt im Wirbelschichtreaktor. Das Erreichen der endgültigen Produktqualität, das gegenüber der Hauptreaktion eine vergleichsweise längere Reaktionszeit, z. B. aufgrund von Phasenumwandlungen oder Diffusionsprozessen, erfordert und nur noch einer geringen Wärmezufuhr bedarf, geschieht dann im Verweileitreaktor. Teilchen im Körnigkeitsbereich von beispielsweise 20 bis 300 μm , bezogen auf die mittlere Körnigkeit d_{90} , werden sehr rasch aufgeheizt und reagieren aufgrund ihrer hohen spezifischen Oberfläche sehr schnell, so daß in den meisten Fällen ca. 90% der Gesamtreaktion bereits nach dem ersten Verlassen des Wirbelschichtreaktors abgelaufen sind. Die restliche Reaktion erfolgt dann wirtschaftlicher sowie produkt- und apparateschonender im Verweileitreaktor.

Das erfindungsgemäße Verfahren verbindet die Möglichkeit einer intensiven Wärmeauffuhr im Wirbelschichtreaktor mit den Vorteilen der weichen, weil zweistufigen insgesamt nahtlos/übereinanderen Verbrennung. Die aus den obengenannten Verweileitreaktorforderungen resultierenden Nachteile werden vermieden durch den Eintrag der von den Gasen abgeschiedenen Feststoffe in den Verweileitreaktor, von dem gerade so viel Feststoff zurückgeführt wird, als zur Einstellung der Suspensionsdichten im Wirbelschichtreaktor und als gegebenenfalls zur Vermeidung nennenswerter Temperaturunterschiede im Gesamtsystem Wirbelschichtreaktor/Verweileitreaktor notwendig ist.

Im Wirbelschichtreaktor herrscht ein Druckverlust von etwa 250 bis 900 mm WS.

Bei Definition der Betriebsbedingungen für den Wirbelschichtreaktor über die Kennzahlen von Froude und Archimedes ergeben sich die Bereiche:

$$0,1 < 3/4 \cdot Fr^2 \cdot \frac{\rho_g}{\rho_k - \rho_g} < 10$$

bzw.

$$0,1 < Ar < 100,$$

wobei

$$Ar = \frac{d_k \cdot g \cdot (\rho_k - \rho_g)}{\rho_k \cdot \gamma^2}$$

ist.

Es bedeuten:

Fr die Froudezahl

Ar die Archimedezahl

ρ_g die Dichte des Gases in kg/m^3

g die Gravitationskonstante in m/sec^2

ρ_k die Dichte des Feststoffteilchens in kg/m^3

d_k der Durchmesser des kugelförmigen Teilchens in m

γ die kinematische Zähigkeit in m^2/sec

Die Suspensionsdichte im Verweileitreaktor ist demgegenüber aufgrund der geringen Fluidisierungsgeschwindigkeit, die im wesentlichen lediglich eine Durchmischung des Feststoffs bewirken soll, erheblich höher.

In der Definition bezüglich Froude und Archimedes ergeben sich der gleiche Archimedezahlbereich wie im Wirbelschichtreaktor und eine Froudezahl entsprechend

$$5 \cdot \frac{2/4 \cdot Fr^2 \cdot \frac{\rho_g}{\rho_k - \rho_g}}{4} < 5 \cdot 10^{-3}.$$

Die Abmessung von Wirbelschichtreaktor und Verweileitreaktor relativ zueinander werden im wesentlichen von der zur Erzeugung einer bestimmten Produktqualität erforderlichen mittleren Gesamtverweileitzeit bestimmt. Dabei ist die mittlere Verweileitzeit der Feststoffe im Wirbelschichtreaktor von 10 bis 30 Minuten und im Verweileitreaktor entsprechend dem zwei- bis zehnfachen zu berücksichtigen.

Bei der Definition der mittleren Verweileitzeit im Wirbelschichtreaktor geht die aus dem Verweileitreaktor rückgeführte Feststoffmenge mit ein und ist erreichbar aus der Summe der mittleren Suspensionsdichten in beiden Reaktoren, bezogen auf die stündliche Produktmenge.

Die Wahl der Fluidisierungs- und Sekundärgasmengen, insbesondere aber die Aufteilung beider Gassströme und die Höhe der Sekundärgaszuführung, geben zu zusätzlichen Regelungsmöglichkeiten an die Hand.

Das Sekundärgas wird üblicherweise in einer Höhe zugeführt, die bei 10 bis 30% der Gesamthöhe des Wirbelschichtreaktors liegt. Das Mengenverhältnis von dem Wirbelschichtreaktor zugeführten Sekundärgas zu Fluidisiergas sollte zweckmäßigerweise auf 10 : 1 bis 1 : 1 eingestellt werden.

Sofort zur Einstellung der erforderlichen Suspensionsdichte im Wirbelschichtreaktor eine nur geringe Rückführung von Feststoff aus dem Verweileitreaktor notwendig. Jedoch eine vergleichsweise lange Gesamtverweileitzeit erwünscht ist, ist es zweckmäßig, im Verweileitreaktor durch direkte Brennstoffzufügung zu zusehen. Im Hinblick auf die Temperatur im System: dient dann die Zirkulation nicht der vollständigen Deckung, z. B. der Abstrahlungsverluste des Verweileitreaktors, sondern lediglich der Feinregulierung.

Eine vorteilhafte Steuerung der Abgastemperatur bei insbesondere feuchtem Aufgabegut ist dadurch erzielbar, daß das Aluminiumchlorhydrat dem Wirbelschichtreaktor teilweise direkt und teilweise indirekt nach Vorwärmung durch das Abgas aufgegeben wird. Durch gezielte Aufteilung kann beispielsweise eine für die Reinigung des Abgases im Elektrofilter vorteilhafte Temperatur eingestellt und eine Unterschreitung des Taupunktes vermieden werden.

Im Hinblick auf eine weitgehende Wärmewirtschaftlichkeit sieht eine weitere Ausgestaltung vor, den abgeführten Feststoffstrom in einem Wirbelschütt, der mehrere nacheinander durchfliessbare Kühlkammern aufweist, zu kühlen. Dieser Wirbelschütt kann zusätzlich mit in die Kammern eintauchenden Kühlregistern ausgestattet sein, in denen beispielsweise Fluidisiergasen für den Wirbelschichtreaktor und/oder für den Verweileitreaktor aufgeheizt wird.

Die Reaktoren zugeführten Gasmengen werden zweckmäßigerweise derart gewählt, daß im Wirbelschichtreaktor eine Ganggeschwindigkeit von 3 bis 15 m/sec , Verweileitzeit 4 bis 10 m/sec und im Verweileitreaktor Geschwindigkeiten von 0,1 bis 0,3 m/sec , jeweils auf den leeren Reaktor bezogen, herrschen.

Die Arbeitstemperaturen sind in weiten Grenzen beliebig und richten sich im wesentlichen nach der ange-

streben Produktqualität. Sie können in einem Bereich von 650 bis 1050°C liegen.

Als Fluidisierung- und Sekundärgas, das in jedem Fall Sauerstoff enthält, kann Luft eingesetzt werden. Um eine hohe Konzentration an Chlorwasserstoff im Abgas zu erhalten, ist es vorteilhaft, als Fluidisierungsgas und/oder als Sekundärgas sauerstofffreies Gas, vorzugsweise mit Sauerstoffgehalten bis 70 Vol.-%, einzusetzen.

Die den Schwebearmatauscher verlassenden Abgase werden von Absorption des darin enthaltenen Chlorwasserstoffes zweckmäßigweise in einem Elektrofilter oder einem Venturi-Wäscher von mitgeföhrten Feststoffen feingereinigt. Der abgeschiedene Feststoff oder aber die im Wäscher anfallende Trübe kann in den Reaktor zurückgeführt werden.

In den Abbildungen veranschaulichen

Fig. 1 eine schematische Darstellung der das Kernstück des Verfahrens bildenden aus Wirbelschichtreaktor und Verweileitzeaktor bestehenden Systems und Fig. 2 ein Fließschema des erfindungsgemäßen Verfahrens.

In der Darstellung gemäß Fig. 1 wird in den Wirbelschichtreaktor 1, der über Leitung 2 mit Fluidisierungsgas beaufschlagt wird, über Leitung 3 vorgewärmtes Gut aufgegeben. Der Eintrag von Sekundärgas erfolgt über die Zufuhrleitung 4, der von Brennstoff über Leitung 5. Der durch die herrschenden Betriebsbedingungen aus dem Wirbelschichtreaktor 1 ausgetragene Feststoff wird im oberen Bereich des Verweileitzeaktors 6 abgetrennt und gelangt in den unteren durch die Zuführung von Gas über Leitung 7 schwach fluidisierten Bereich. Die kontrollierte Rückführung von Feststoff in den Wirbelschichtreaktor 1 geschieht über Leitung 8, die Entnahme über Ausströmvorrichtung 9. Mit 10 ist eine zusätzliche Brennstoffleitung zum eventuellen zusätzlichen Beheizen des Verweileitzeaktors 6 angegeben.

Im Fließschema gemäß Fig. 2 wird das filterfeuchte Aluminiumchlorhydrat von einem Aufgabekunker 11 über die Dosierbandwage 12 die verstellbare Verteilerschüre 13 und die nachgeschaltete Eintragsvorrichtung 14 in den als Venturi-Trockner 15 ausgebildeten Schwebearmatauscher eingetragen und mit dem Abgasstrom aus dem Wirbelschichtreaktor 1 gemischt. Durch die mit dem Abgasstrom zugeführte Wärme wird die Oberflächenfeuchte verdampft und das Chlorid zum Teil gespalten.

Das vorgekrockte und teilweise gespaltene Chlorid wird mit dem Abgasstrom aus dem Venturi-Trockner 15 ausgetragen und in mindestens einem Entstaubungszyklon 19 abgeschieden. Die Endreinigung des Abgases erfolgt in einem Elektrofilter 20. Das gereinigte Abgas verlässt die Anlage am Austritt des Elektrofilters und gelangt in die Absorptionsvorrichtung.

Zur Vermeidung von Überhitzungen des Abgassystems wird bei Betriebsstörungen automatisch über die Rohleitung 21 und die Düs 22 Wasser oder Chlorwassersoflösung in den Venturi-Trockner 15 eingespritzt.

Der im Entstaubungszyklon 19 abgeschiedene Feststoff gelangt über die Rückföhreleitung 23 in den Wirbelschichtreaktor 1. Der im Elektrofilter 20 anfallende Feststoff wird gesammelt und ebenfalls der Rückföhreitung 23 zugeführt.

Die Kalzinierung des vorgekrockten und schon teilweise gespaltenen Chlorids erfolgt in dem Wirbelschichtreaktor 1. Die notwendige Wärmemenge für die restliche Spaltung und Kalzinierung zu Al_2O_3 wird dem

System mit Brenneranlagen 5 durch direkte Eindüsung des Brennstoffs in die Wirbelschicht zugeführt. Als Brennstoffe können Heizöl oder Heizgas verwendet werden.

5. Die benötigte Verbrennungs- und Wirbelgasmenge wird einmal als Fluidisierungsgas 2 unter dem Gasverteiler und einmal als Sekundärgas über Leitung 4 oberhalb des Gasverteilers zugeführt.

Das in dem heißen Verbrennungsgasstrom mitgeführte Material wird im Oberteil des Verweileitzeaktors 6 abgeschieden und gelangt dann in den unteren Bereich. Zur Fluidisierung wird eine möglichst geringe Menge Fluidisierungsgas verwendet. Fals erforderlich, kann eine geringe Menge Brennstoff über 10 zusätzlich zugegeben werden. Durch die zusätzliche Verweileitung bei hoher Temperatur und sehr niedriger Fluidisierungsgeschwindigkeit im Verweileitzeaktor 6 wird erreicht, daß

durch eine lange Gesamtverweileitung: ein Aluminiumoxid mit sehr niedrigem Restchloridgehalt erzeugt wird und

nur die zur Aufrechterhaltung einer dichten Wirbelschicht im Unterteil des Wirbelschichtreaktors 1 erforderliche Feststoffmenge zurückgeführt wird.

Das aus dem Verweileitzeaktor 6 austretende Verbrennungsgas wird gemeinsam mit dem aus Wirbelschichtreaktor 1 kommenden Gas in den Venturi-Trockner 15 geleitet und übernimmt dort die vorher beschriebene Funktion.

Um Korrosion durch kondensierende Salzsäure zu vermeiden, ist durch entsprechende Auswahl der Ausmauerung der Anlage sowie der Temperatur im Venturi-Trockner 15 und dem gezielten nachfolgenden Abgassystem dafür gesorgt, daß die Blechmanteltemperaturen der Behälter oberhalb 200°C liegen. Besonders gefährdete Teile des Elektrofilters 20 können aus diesem Grund zusätzlich beheizt werden.

Aus dem Verweileitzeaktor 6 wird über Leitung 8 ein Teil des Feststoffs in den Wirbelschichtreaktor 1 zurückgeführt und ein Teil mit der Dosiereinrichtung 9 abgezogen. Dieser Teilstrom wird einem Wirbelsäulenkuhler 30 aufgegeben, der mit über Leitung 32 zugeführtem sauerstoffhaltigem Gas fluidisiert wird. Das den Wirbelsäulenkuhler 30 verlassende Gas wird in dem Zyklon 31 von Feststoff befreit, das Oxid über eine Rohleitung in den Wirbelsäulenkuhler zurückgeführt. Das erwärmte Gas gelangt über Leitung 4 als Sekundärgas in den Wirbelschichtreaktor 1.

Der bei der Fluidisierung nicht abgeführte Restwärmeinhalt des Oxides kann nach der geforderten Austrittstemperatur an Kühlwasser, das in Kühlregister 24 geleitet wird, abgegeben werden.

Zur Einstellung der Kalziniertemperatur im Wirbelschichtreaktor 1 kann ein in weiten Grenzen varierbarer Anteil des Chlorids durch entsprechende Einstellung der Verteilerschüre 13 über die Eintragsvorrichtung 16 direkt in den Wirbelschichtofen 1 dosiert werden.

Infolge der guten Vermischung und des intensiven Wärmeaustausches zwischen Feststoff und Verbrennungsgas stellt sich im gesamten, aus Wirbelschichtreaktor 1 und Verweileitzeaktor 6 gebildeten System eine gleichmäßige Kalziniertemperatur ein. Durch die Aufteilung des Verbrennungsgasmassenstroms entsteht im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgaszumittelpunkt des Wirbelschichtreaktors 1 eine Wirbelschicht mit hoher Feststoffkonzentration, die den Verbrennungsvorgang begünstigt. Durch interne Material-Rezirkulation im darüber befindlichen Ofenteil verringert sich die Ma-

terialkonzentration, so daß die in den Verweilzeitreaktor 6 eintretende Suspension eine vergleichsweise geringe Dichte besitzt.

Beispiel

Zur Durchführung des Verfahrens dient eine Anordnung, der Wärmelechtkrektor 1 einen Innendurchmesser von 1,3 m und eine leichte Höhe von 10 m, deren Verweilzeitreaktor 6 im unteren bis zur Rückföhreleitung 8 gehenden Bereich einen Innendurchmesser von 0,8 und eine leichte Höhe von 2 m und deren Wirbelkühler 30 zwei nacheinander durchliebbarre Kammer aufweist.

Die Leitung 4 zur Einführung von Sekundärgas in den Wärmelechtkrektor 1 befindet sich in einer Höhe von 2 m, die Leitung 5 zur Aufgabe von Brennstoff in einer Höhe von 0,3 m über dem Gasverteiler.

Vom Aufgabebunker 11 werden stündlich 4, / t 20 $(\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O})$ mit einem mittleren Korndurchmesser $d_{50} = 150 \mu\text{m}$ über die Dosierringanlage 12 abgeführt und mittels der Verteilerschürze 13 so aufgeteilt, daß ca. 70% über die Eintragsvorrichtung 14 in den Venturi-Trockner 15 und ca. 30% über die Eintragsvorrichtung 25 15 direkt in den Wärmelechtkrektor 1 gelangen.

Im Venturi-Trockner 15 stellt sich durch Mischung mit dem 850°C heißen Abgasstrom aus dem Oberteil des Verweilzeitreaktors 6 eine Temperatur von etwa 250°C ein. In dieser Stufe wird die gesamte Oberflächenfeuchte verdampft und das Chlorid teilweise gespalten. Der gemeinsam mit dem Gas ausgetragene Feststoff wird im Entstaubungszylinder 19 abgetrennt und gelangt über die Rückföhreleitung 23 in den Wärmelechtkrektor 1. Die Endreinigung der Abgase erfolgt 35 im Elektrofilter 20. Der abgeschiedene Staub wird ebenfalls in die Rückföhreleitung 23 eingespeist. Die Temperatur der HCl-haltigen Abgase am Austritt des Elektrofilters 20 liegt mit 220°C genügend weit über dem HCl-Taupunkt, so daß Korrosion vermieden wird. 40

Über den Gasverteiler des Wärmelechtkrektors 1 werden stündlich 760 Nm³/h kalte Luft über Leitung 2 zur Fluidisierung aufgegeben. 3025 Nm³/h im Wärmelechtkühler 30 auf 250°C vorgewärmte Sekundärluft wird über Leitung 4 zugeführt. Das Verhältnis von Primär- zu Sekundärluft beträgt 1:4. 45

Zur Deckung des Wärmebedarfs werden 305 kg/h schweres Heizöl in den Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 eingeleitet. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 ist die 50 Verbrennung des Heizöls unvollständig. Oberhalb der Sekundärgasleitung 4 erfolgt ein vollständiger Ausbrand. Durch Feststoffzirkulation im Wärmelechtkrektor 1 selbst und durch Feststoffrückführung aus dem Verweilzeitreaktor 6 stellt sich eine einheitliche Temperatur von 850°C ein. 55

Im Oberteil des Verweilzeitreaktors 6 werden die aus dem Wärmelechtkrektor 1 austretenden Feststoffe vom Gasstrom getrennt, gelangen in den Unterteil und bilden dort ein Wirbelbett. Über den Gasverteilerboden 60 des Verweilzeitreaktors 6 werden stündlich 80 Nm³ Luft zugeführt, um das Material gerade in fluidisiertem Zustand zu halten.

Die mittlere Feststoffverweilzeit im Gesamtsystem betrug ca. 22 h. Der Druckverlust im Wärmelechtkrektor 1 wird auf ca. 400 mm WS eingestellt. Die Suspensionsdichten betragen im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 ca. 200 kg/m³, im Bereich

oberhalb der Sekundärgasleitung 2 bis 10 kg/m³ und im Verweilzeitreaktor ca. 650 kg/m³.

Die Produktion in Höhe von 900 kg/h Al_2O_3 wird mit Hilfe der Austragsvorrichtung 9 aus dem Verweilzeitreaktor 6 abgeführt und in den Wirbelkühler 30 eingetragen.

Im Wirbelkühler 30 wird durch Fluidisierung mit 3025 Nm³/h Luft eine nicht expandierte Wirbelschicht erzeugt. Dabei erwärmt sich die Luft auf 250°C vor. Sie wird dann als Sekundärluft über Leitung 4 in den Wärmelechtkrektor 1 eingeleitet. In der zweiten Kammer des Wärmelechtkühlers 30 wird das Oxid durch eingehängte Kühlerregister 24, die von Kühlwasser durchströmt werden, auf ca. 80°C gekühlt. Es verläßt schließlich den Wirbelkühler 30 mit dieser Temperatur.

Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

